

DUPLICATE

Rec'd PCT 18 APR 2005

(12)特許協力条約に基づいて公開された国際出版

(19) 世界知的所有権機関  
国際事務局



10/531813 531813

(43) 国際公開日  
2004 年 6 月 3 日 (03.06.2004)

PCT

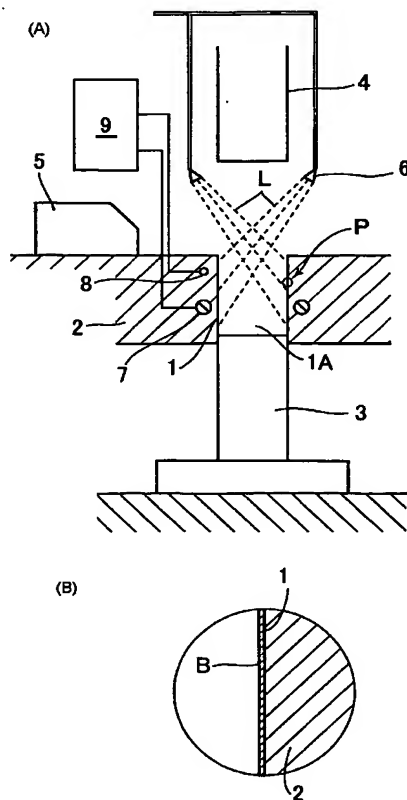
(10) 国際公開番号  
WO 2004/045841 A1

- (51) 国際特許分類<sup>7</sup>: B30B 11/00, B22F 3/035 (72) 発明者; および  
(21) 国際出願番号: PCT/JP2003/014643 (75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 中井 崇  
(22) 国際出願日: 2003 年 11 月 18 日 (18.11.2003) (NAKAI, Takashi) [JP/JP]; 〒950-8640 新潟県 新潟市  
(25) 国際出願の言語: 日本語 新潟製作所内 Niigata (JP). 川瀬 欣也 (KAWASE, Kinya)  
(26) 国際公開の言語: 日本語 [JP/JP]; 〒950-8640 新潟県 新潟市 小金町 3 丁目 1 番  
(30) 優先権データ: 特願 2002-338621 1 号 三菱マテリアル株式会社新潟製作所内 Niigata (JP).  
2002 年 11 月 21 日 (21.11.2002) JP (74) 代理人: 牛木 護 (USHIKI, Mamoru); 〒100-0013 東京  
都 千代田区 蔵が関 3 丁目 8 番 1 号 虎ノ門三井ビル  
1 4 階 Tokyo (JP).  
(71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 三菱マ  
テリアル株式会社 (MITSUBISHI MATERIALS COR-  
PORATION) [JP/JP]; 〒100-8117 東京都 千代田区 大手  
町 1 丁目 5 番 1 号 Tokyo (JP).  
(81) 指定国 (国内): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB,  
BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK,  
DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR,  
HU, ID, IL, IN, IS, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS,  
LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NI,  
NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG,

[続葉有]

(54) Title: METHOD FOR FORMING COMPACT FROM POWDER AND MOLD APPARATUS FOR POWDER FORMING

(54) 発明の名称: 粉末成形体の成形方法及び粉末成形金型装置



(57) Abstract: A method for forming a compact from a powder wherein a forming portion (1A) formed in a mold body (2) is filled with a raw material powder and upper and lower punches (3, 4) are inserted into the forming portion (1A), to thereby form the compact, characterized in that before the portion is filled with the raw material powder (M), a uniform solution (L) of a lubricant in a solvent is attached to the peripheral surface of the forming portion (1A) and then the solution (L) is subjected to evaporation, to thereby form crystals on the surface of the forming portion (1A) and provide a crystallized layer (B). The layer (B) is a coating film of the lubricant closely formed on the peripheral surface of the forming portion (1A) and allows the reduction of the force required for drawing a powder compact (A) out of the forming portion (1A) and the enhancement of the density of the compact (A) from a powder, which results in the achievement of the continuous and stable production of a compact from a powder having an enhanced density.

(57) 要約: 成形部に緻密な潤滑剤による皮膜を形成して、高密度の粉末成形体を安定して得るようにする。成形型本体 (2) に形成した成形部 (1A) に原料粉末を充填した後に、下、上パンチ (3, 4) を成形部 (1A) に嵌合して粉末成形体を成形する。原料粉末 (M) を充填する前に、潤滑剤を溶媒に均一な相となるように溶解した溶液 (L) を成形部 (1A) に付着させ、該溶液 (L) を蒸発させて成形部 (1A) に結晶を形成させて晶出層 B を形成する。成形部 (1A) の周面に緻密な潤滑用の層 (B) が形成され、粉末成形体 (A) の成形部 (1A) からの抜出圧力を低減できると共に、粉末成形体 (A) の密度も向上することができ、更に安定して連続成形することができる。

WO 2004/045841 A1



SK, SL, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ,  
VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

TR), OAPI 特許 (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ,  
GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

(84) 指定国 (広域): ARIPO 特許 (BW, GH, GM, KE, LS,  
MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア特  
許 (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨーロッ  
パ特許 (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI,  
FR, GB, GR, HU, IE, IT, LU, MC, NL, PT, RO, SE, SI, SK,

添付公開書類:

— 国際調査報告書

2 文字コード及び他の略語については、定期発行される  
各 PCT ガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語  
のガイダンスノート」を参照。

## 明細書

## 粉末成形体の成形方法及び粉末成形金型装置

## 5 技術分野

本発明は、原料粉末を粉末成形金型に充填して成形する粉末成形体の成形方法及び粉末成形金型装置に関する。

## 背景技術

- 10 焼結部品の製造に用いる圧粉体は、Fe系、Cu系等といった原料粉末を成形型内で加圧成形することにより形成され、この後焼結の工程を経て焼結体を作製する。そして、成形工程では、成形型を用いてプレスで加圧して成形体を成形する。このプレスのときには、成形体と成形型との間には摩擦が発生する。このため粉末混合時にステアリン酸亜鉛、ステアリン酸カルシウム、ステアリン酸リチウム等の、水に不溶性の脂肪酸系潤滑剤を添加し、潤滑性を付与している。
- 15

- しかしながら、このような原料粉末に潤滑剤を混合する方法では成形体の密度を向上するには限界がある。そこで、高密度の成形体を得るために、原料粉末に添加する潤滑剤を減らし、形成型に、原料粉末に添加するものと同一の潤滑剤を塗付し、潤滑性の不足を補うことができる粉末成形体の成形方法が提案されている。
- 20

- この従来の成形方法は、例えば、特許第3309970号公報（段落0012, 0013）に記載されており、加熱された金型の内面に、高級脂肪酸系潤滑剤に分散されている水をスプレーガンで吹き付けて塗布する塗布工程と、前記金型に金属粉末を充填し、前記高級脂肪酸系潤滑剤が該金属粉末と化学的に結合して金属石鹸の被膜を生成する圧力で該金属粉末を加圧成形する加圧成形工程とを含む粉末成形体の成形方法であって、加熱され、内面にステアリン酸リチウムのような高級脂肪酸系潤滑剤が塗布された金型を用いて、この金型に加熱された金属粉末を充填して、この金属粉末と高級脂肪酸系潤滑剤とが化学的に結合して金属石鹸の被膜が生成される圧力でこの金属粉末を加圧成形すると、金属石鹸の被膜が金
- 25

型の内面表面に生じ、その結果金属粉末の成形体と金型との間の摩擦力が減少し、成形体を抜出す圧力が少なくてすむことができるというものである。

また、成形用の金型に、原料粉末に添付するものと同一の潤滑剤を使用するため、水に不溶性の潤滑剤を使用することとなり、金属に塗布する潤滑剤は固体粉末の状態  
5 末の状態で塗布することとなる。このため、潤滑剤の粉末を静電塗付したり、水に界面活性剤で分散させて乾燥塗付する方法も知られている。

しかし、上記文献等に記載の従来技術では、水に分散されている潤滑剤が固体粉末の状態、すなわち潤滑剤の固体粉末が水中に散在して混合した状態で成形型に塗布されているため、緻密な皮膜が形成されず、安定した成形体の生産が困難  
10 となるという問題がある。

そこで、本発明は、成形部に緻密且つ均一な潤滑剤による皮膜を形成して、高密度の粉末成形体を安定して得ることができる粉末成形体の成形方法及び粉末成形金型装置を提供することを目的とする。

## 15 発明の開示

本発明の請求項 1 は、成形型本体に形成した成形部に原料粉末を充填した後に、パンチを前記成形部に嵌合して粉末成形体を成形する粉末成形体の成形方法において、前記原料粉末を充填する前に、潤滑剤を溶媒に溶解した溶液を前記成形部に付着させ、該溶液を蒸発させて前記成形部に晶出層を形成することを特徴とする粉末成形体の成形方法である。これによると、成形部に潤滑のための緻密な晶  
20 出層が形成され、粉末成形体の取出し圧力を小さくしたり、また粉末成形体の密度の向上を図ることができる。

また、請求項 2～12 の発明は前記潤滑剤をオキシ酸系金属塩の群のうちから 1 種または 2 種以上を用いるもの、更に、請求項 13 の本発明の前記溶液は、水  
25 溶性の前記潤滑剤を、前記晶出層の厚みが前記潤滑剤の 1 分子により形成される濃度以上で飽和濃度未満で水に完全に溶解させたものであると共に、請求項 14 の本発明は前記潤滑剤が、カリウム塩又はナトリウム塩であるものである。

更に、請求項 15 の本発明は前記潤滑剤に、防腐剤を添加したもの、また請求項 16 の本発明は前記潤滑剤に消泡剤を添加したもの、また請求項 17 の本発明

は前記潤滑剤に、水溶性の溶媒を添加したものであると共に、請求項 18 の本発明は前記水溶性の溶媒が、アルコール又はケトンであるもの、また請求項 19 の本発明は前記潤滑剤にハロゲン族元素を含ませないものである。これらによると、成形部に緻密な潤滑のための晶出層を確実に形成することができる。

5       このような粉末成形体の成形方法においては、例えば、成形体の摩擦面に、りん酸水素 2 カリウム、りん酸水素 2 ナトリウム等の水溶液のりん酸系金属塩を 1 PPM 以上飽和温度未満で水に完全に溶け込んで均一な相になるように溶解させた後、成形部の表面に付着、蒸発させることにより、潤滑剤の結晶が成長して晶出層が形成されるものである。

10       また、請求項 20 の発明は、粉末成形体の側面を成形する貫通孔を有する成型本体と、前記貫通孔に下方から嵌合する下パンチと、前記貫通孔に上方から嵌合する上パンチと、前記貫通孔に臨む潤滑剤の溶液の噴出部と、前記貫通孔と該貫通孔に嵌合した下パンチとで画成される粉末成形体の成形部の周囲に設けるヒータと、該ヒータを前記溶液の蒸発温度より高く制御する温度制御手段を設けた  
15       ことを特徴とする粉末成形金型装置である。

      また、請求項 21 の発明は、粉末成形体の側面を成形する貫通孔を有する成型本体と、前記貫通孔に下方から嵌合する下パンチと、前記貫通孔に上方から嵌合する上パンチと、前記貫通孔に臨む潤滑剤の溶液の噴出部と、前記貫通孔と該貫通孔に嵌合した下パンチとで画成される粉末成形体の成形部の周囲に設けるヒータと、該ヒータを前記溶液の蒸発温度より高く、かつ前記潤滑剤の熔融温度より  
20       も低く制御する温度制御手段を設けたことを特徴とする粉末成形金型装置である。

      この請求項 20 又は請求項 21 の構成によれば、成型本体の貫通孔と、該貫通孔に嵌合する下パンチとで形成された成形部に原料粉末を充填する前に、潤滑  
25       剤の溶液が加熱された前記成形部に付着され、該溶液が蒸発されて前記成形部の周囲に前記潤滑剤が晶出層が緻密に形成される。この後、原料粉末を充填した後に前記貫通孔に上方から上パンチが嵌合され、粉末成形体が成形される。これによると、成形部に潤滑剤の溶液による晶出層が確実に形成され、粉末成形体の取出し圧力を小さくしたり、また粉末成形体の密度の向上を図ることができ、更に

安定して連続成形することができる。

#### 図面の簡単な説明

図 1 A は、本発明の第 1 実施形態を示す第 1 工程の模式図である。

5 図 1 B は、第 1 実施形態の部分 P の拡大断面図である。

図 2 は、本発明の第 1 実施形態を示す第 2 工程の模式図である。

図 3 は、本発明の第 1 実施形態を示す第 3 工程の模式図である。

図 4 は、本発明の第 1 実施形態を示す第 4 工程の模式図である。

#### 10 発明を実施するための最良の形態

以下、本発明の第 1 実施形態を図 1 ～ 4 を参照して説明する。図 1 A は第 1 工程を示しており、同図において、1 は後述する圧粉体たる粉末成形体 A の側面を成形する成形型本体たるダイ 2 に形成した貫通孔であり、該貫通孔 1 の下方より下パンチ 3 が嵌合され、一方貫通孔 1 の上方より上パンチ 4 が嵌合されるようになっている。更に、ダイ 2 の上面に原料粉末 M を供給する原料供給体たるフィーダー 5 が摺動自在に設けられている。更に、貫通孔 1 の上方に潤滑剤の溶液 L を噴霧して溶液 L を成形部 1 A に付着する付着手段たる噴霧部 6 が設けられており、該噴霧部 6 は貫通孔 1 に臨むように設けられると共に、溶液 L のタンク（図示せず）に自動開閉弁（図示せず）を介して接続されている。また、貫通孔 1 と該貫通孔 1 に嵌合した下パンチ 3 とで画成される粉末成形体 A の成形部 1 A の周囲にヒータ 7 と温度検出部 8 が設けられ、そして、これらヒータ 7 と温度検出部 8 は温度制御手段たる温度制御装置 9 に接続され、該温度制御装置 9 により貫通孔 1 の温度を溶液 L の蒸発温度より高く、かつ潤滑剤の熔融温度よりも低く制御するようになっている。

25 そして、第 1 工程においては、予め温度制御装置 9 により制御されたヒータ 7 の熱により貫通孔 1 の周面は溶液 L の蒸発温度より高く、かつ潤滑剤の熔融温度よりも低く設定されている。そして、貫通孔 1 に下パンチ 3 が嵌合して成形部 1 A が形成されている状態で、自動開閉弁を開いて噴霧部 6 より潤滑剤の溶液 L を、ヒータ 7 により加熱されたダイ 2 の成形部 1 A に吹き付けて付着させる。この

結果、溶液 L は蒸発、乾燥して貫通孔 1 の周面には結晶が成長して、図 1 B に示すように前記潤滑剤の晶出層 B が均一に形成される。

次に図 2 の第 2 工程に示すように、フィーダー 5 が前進して原料粉末 M を成形部 1 A に落下させて充填する。次に図 3 の第 3 工程に示すように、ダイ 2 を下方に移動させると共に、貫通孔 1 の成形部 1 A に上方から上パンチ 4 を挿入し、上パンチ 4 と下パンチ 3 とで挟むようにして原料粉末 M を圧縮する。このとき、下パンチ 3 は、下端が固定されており動かないようになっている。そして、この第 3 工程において、原料粉末 M は、潤滑剤により形成されている晶出層 B に潤滑状態で圧縮される。

10      このように加圧成形された粉末成形体 A は、ダイ 2 が更に下方に下がり、図 4 の第 4 工程で示すように下パンチ 3 の上面がダイ 2 の上面と略同じ高さになったとき取出し可能となる。この取り出しの際においても、潤滑剤により形成されている晶出層 B に粉末成形体 A は潤滑状態で接触する。このようにして、粉末成形体 A が取出された後、再び第 1 工程に戻って再び成形部 1 A に溶液 L が噴霧されて晶出層 B が形成された後に、原料粉末 M が成形部 1 A に充填されるものである。

以下に、実施例及び比較例を表 1 ～ 3 により説明する。表 1 ～ 3 における実施例及び比較例は、いずれも原料粉末として鉄粉（平均粒径  $90 \mu\text{m}$ ）に、潤滑剤としてステアリン酸リチウム（平均粒径  $5 \mu\text{m}$ ）を 0.2 重量% 添加したものを回転混合機で 30 分混合したものを用い、加圧面積  $1 \text{ cm}^2$  の円柱を成形する成形型に、前記混合した原料粉末を 7 g 充填し、この後  $8 \text{ t/cm}^2$  の成形圧力で粉末成形体を連続で 100 個成形したものである。そして、実施例のものでは、水溶性潤滑剤を水に溶解した溶液を  $150^\circ\text{C}$  に加熱された成形型の成形部に付着させた後に、蒸発、乾燥させて晶出層を形成し、この後に、原料粉末を充填するようにしたものである。比較例 1 は、ステアリン酸リチウム（平均粒径  $5 \mu\text{m}$ ）をアセトンに分散させたものを  $150^\circ\text{C}$  に加熱された成形型の成形部に付着させた後に、乾燥させて被膜を形成し、この後に、原料粉末を充填するようにしたものである。比較例 2 は成形型には潤滑剤を用いない場合である。表中の密度の R は、連続 100 個成形した成形体密度の最大値と最小値の差である。

	実施例 1	実施例 2	実施例 3	実施例 4	実施例 5	実施例 6	実施例 7	実施例 8	実施例 9
成形型潤滑成分	りん酸水素 2 カリウム	りん酸水素 2 ナトリウム	りん酸 3 ナトリウム	ポリりん酸 ナトリウム	りん酸 リン フラビン ナトリウム	硫酸 カリウム	亜硫酸 ナトリウム	チオ硫酸 ナトリウム	ドデシル 硫酸 ナトリウム
溶媒	水	水	水	水	水	水	水	水	水
潤滑成分の形態	溶解	溶解	溶解	溶解	溶解	溶解	溶解	溶解	溶解
濃度	1%	1%	1%	1%	1%	1%	1%	1%	1%
成形温度	150°C	150°C	150°C	150°C	150°C	150°C	150°C	150°C	150°C
平均拔出圧力	6 kN	8 kN	6 kN	8 kN	20 kN	18 kN	20 kN	18 kN	16 kN
平均成形体密度	7.56 g/cm <sup>3</sup>	7.55 g/cm <sup>3</sup>	7.56 g/cm <sup>3</sup>	7.54 g/cm <sup>3</sup>	7.50 g/cm <sup>3</sup>	7.52 g/cm <sup>3</sup>	7.50 g/cm <sup>3</sup>	7.51 g/cm <sup>3</sup>	7.53 g/cm <sup>3</sup>
密度の R	0.02	0.02	0.02	0.02	0.03	0.02	0.02	0.02	0.03

表1



	実施例 1 0	実施例 1 1	実施例 1 2	実施例 1 3	実施例 1 4	実施例 1 5	実施例 1 6	実施例 1 7	実施例 1 8
成形型潤滑成分	ドデシルベンゼン硫酸ナトリウム	食用青色 1号	食用黄色 5号	アスコルビン酸エステルナトリウム	四ほう酸ナトリウム	けい酸ナトリウム	タンゲステン酸ナトリウム	酢酸ナトリウム	安息香酸ナトリウム
溶媒	水	水	水	水	水	水	水	水	水
潤滑成分の形態	溶解	溶解	溶解	溶解	溶解	溶解	溶解	溶解	溶解
濃度	1%	1%	1%	1%	1%	1%	1%	1%	1%
成形温度	150℃	150℃	150℃	150℃	150℃	150℃	150℃	150℃	150℃
平均拔出圧力	16kN	16kN	20kN	8kN	8kN	10kN	12kN	18kN	10kN
平均成形体密度	7.53 g/cm <sup>3</sup>	7.53 g/cm <sup>3</sup>	7.51 g/cm <sup>3</sup>	7.54 g/cm <sup>3</sup>	7.54 g/cm <sup>3</sup>	7.54 g/cm <sup>3</sup>	7.53 g/cm <sup>3</sup>	7.51 g/cm <sup>3</sup>	7.54 g/cm <sup>3</sup>
密度のR	0.02	0.03	0.04	0.02	0.02	0.03	0.03	0.02	0.02

表2

	実施例 2 0	実施例 2 1	実施例 2 2	実施例 2 3	実施例 2 4	実施例 2 5	比較例 1	比較例 2
成形型潤滑成分	アスコルビン酸ナトリウム	ステアリン酸ナトリウム	ステアリン酸カリウム	炭酸水素ナトリウム	炭酸ナトリウム	硝酸カリウム	ステアリン酸リチウム	なし
溶媒	水	水	水	水	水	水	アセトン	
潤滑成分の形態	溶解	溶解	溶解	溶解	溶解	溶解	分散	
濃度	1%	0.2%	0.5%	1%	1%	1%	1%	
成形温度	150°C	150°C	150°C	150°C	150°C	150°C	150°C	150°C
平均拔出圧力	16 kN	16 kN	14 kN	18 kN	18 kN	20 kN	22 kN	32 kN
平均成形体密度	7.53 g/cm <sup>3</sup>	7.52 g/cm <sup>3</sup>	7.53 g/cm <sup>3</sup>	7.51 g/cm <sup>3</sup>	7.52 g/cm <sup>3</sup>	7.51 g/cm <sup>3</sup>	7.50 g/cm <sup>3</sup>	7.48 g/cm <sup>3</sup>
密度のR	0.02	0.04	0.04	0.03	0.02	0.04	0.20	0.16

表3

表 1 ～ 3 の比較結果として、実施例では、成形型より圧粉体を抜き出す抜出圧力は、比較例 1 の抜出圧力以下ですみ、また実施例では、比較例 1 より密度の向上を図ることができ、更に、密度の R が非常に小さくなった。これにより、実施例においては連続成形でも高密度の成形を安定して行うことができる。

5      尚、前記潤滑剤は、水溶性のりん酸系金属塩として、りん酸水素 2 カリウム、りん酸水素 2 ナトリウム、りん酸 3 カリウム、りん酸 3 ナトリウム、ポリりん酸カリウム、ポリりん酸ナトリウム、りん酸リボフラビンカリウム、りん酸リボフラビンナトリウム等のように構造中にりん酸系の基を含むものが好適であることが表 1 ～ 3 からわかる。

10      水溶性の硫黄酸塩系金属塩として、硫酸カリウム、硫酸ナトリウム、亜硫酸カリウム、亜硫酸ナトリウム、チオ硫酸カリウム、チオ硫酸ナトリウム、ドデシル硫酸カリウム、ドデシル硫酸ナトリウム、ドデシルベンゼン硫酸カリウム、ドデシルベンゼン硫酸ナトリウム、食用青色 1 号 ( $C_{37}H_{34}N_2Na_2O_9S_3$ )、食用黄色 5 号 ( $C_{16}H_{10}N_2Na_2O_7S_2$ )、アスコルビン酸硫酸エステルカリウム、アスコルビン酸硫酸エステルナトリウム等のように構造中に硫酸系の基を含むものが好適であることが表 1 ～ 3 からわかる。

水溶性のほう酸系金属塩として、四ほう酸カリウム、四ほう酸ナトリウム等のように構造中にほう酸系の基を含むものが好適であることが表 1 ～ 3 からわかる。

20      水溶性のけい酸系金属塩として、けい酸カリウム、けい酸ナトリウム等のように構造中にけい酸系の基を含むものが好適であることが表 1 ～ 3 からわかる。

水溶性のタングステン酸系金属塩として、タングステン酸カリウム、タングステン酸ナトリウムのように構造中にタングステン酸系の基を含むものが好適であることが表 1 ～ 3 からわかる。

25      水溶性の有機酸系金属塩として、酢酸カリウム、酢酸ナトリウム、安息香酸カリウム、安息香酸ナトリウム、アスコルビン酸カリウム、アスコルビン酸ナトリウム、ステアリン酸カリウム、ステアリン酸ナトリウム等のように構造中に有機酸系の基を含むものが好適であることが表 1 ～ 3 からわかる。

水溶性の窒素酸系金属塩として、硝酸カリウム、硝酸ナトリウム等のように構造中に窒素酸系の基を含むものが好適であることが表 1 ～ 3 からわかる。

水溶性の炭酸系金属塩として、炭酸カリウム、炭酸ナトリウム、炭酸水素カリウム、炭酸水素ナトリウム等のように構造中に炭酸系の基を含むものが好適であることが表 1～3 からわかる。

これらに挙げられたような潤滑剤の 1 種又は 2 種以上を用いることができる。

- 5      そして、水溶性潤滑剤の濃度は、前記晶出層 B の厚みが前記潤滑剤の 1 分子により形成される濃度以上で飽和濃度未満とする。具体的には 1 P P M～飽和濃度とする。これは、1 P P M未満では、成型型に付着する潤滑剤が多量でなければ安定して潤滑性が得られる晶出相の被膜が得難いためであり、飽和濃度以上では、潤滑剤が溶解しきれず固体となって沈殿し、噴霧部 6 による付着を行なう場合、
- 10    噴霧部 6 が詰まる等の不具合が発生するためである。

- また、溶解する水は、蒸留水やイオン交換水といった金属成分やハロゲン元素成分を取り除いた水が好ましい。潤滑剤の種類によっては、容易に水中の金属成分と置換して沈殿物を生成して不具合を起こす場合があり、また、ハロゲン成分が多量に含まれていた場合、圧粉体が結びやすくなったり、焼結時にダイオキシ
- 15    ン等の有害物質が生成したりする不具合を起こす場合があるためである。

- 更に、潤滑剤の種類によっては、微生物が繁殖して腐りやすいという問題があり、成分が変化したり悪臭が発生する場合があるが、防腐剤を添加することで微生物の発生を防止することができる。防腐剤には、安息香酸ナトリウム等の潤滑性を損なわず、人体に対する有害性が低く、ハロゲン元素成分を含まないものが
- 20    好ましい。

- また、潤滑剤の種類によっては、泡が発生しやすいという問題があり、溶液 L を成型部 1 A に付着させたときに、泡が発生して原料粉末が固まるおそれがあるが、アルコールやケトンといった水溶性の溶媒や消泡剤を添加することで泡の発生を防止することができる。アルコールやケトンには、エタノールやアセトン等
- 25    の潤滑性を損なわず、人体に対する有害性が低く、ハロゲン元素成分を含まないものが好ましい。

アルコールやケトンといった水溶性の溶媒には、水よりも沸点や蒸発潜熱の低いものを使用することで、蒸発、乾燥時間を短くしたり、成型型本体 2 を高温にする必要がなくなる場合もある。

これらの潤滑剤及び添加物、溶解する水にハロゲン元素が含まれていると、炭素成分の共存中で焼結するという鉄系の粉末冶金でよく使用される条件では、ダイオキシン等の微量で毒性の高い成分の生成が懸念されるため、ハロゲン元素を含ませないことが好ましい。

- 5 成形型本体 2 の温度や混合した原料粉末 M は、高温にした方が乾燥時間の短縮や温間成形の効果等があるため好ましいが、不具合がなければ常温でもよい。高温にする場合は、原料粉末が固まったり潤滑剤が金型（成形部 1 A）の底へ流れ落ちるため安定して温間成形することが困難であるため設定温度で熔融しない潤滑剤の選定が好ましいが、不具合がなければ半熔融状態や高粘性状態、2 種以上
- 10 の潤滑剤配合の 1 種以上が熔融状態でもよい。従来使用されていたステアリン酸亜鉛は約 120° C、ステアリン酸リチウムは約 220° C で熔融するためそれ以上の温度で安定して温間成形することが困難であったが、本発明の潤滑剤の中には 220° C 以上で熔融しないものは多数存在し、中には 1000° C を超えても熔融しないものも含まれているため、金型（成形部 1 A）の耐熱温度や原料粉末の酸化
- 15 温度ぎりぎりまで高温にして容易に安定して温間成形することが可能である。但し、その場合は、原料粉末の流動性の問題等があるため、混合した原料粉末 M に添加する潤滑剤も高温で溶けないもの、例えば、本発明の潤滑剤を粉末状にしたものや固体潤滑剤である黒鉛や 2 硫化モリブデン等にしたり、潤滑剤を入れずに成形型潤滑だけで成形した方が好ましい。
- 20 以上のように、前記実施形態では、成形型本体 2 に形成した成形部 1 A に原料粉末 M を充填した後に、下、上パンチ 3, 4 を前記成形部 1 A に嵌合して粉末成形体を成形する粉末成形体の成形方法において、前記原料粉末 M を充填する前に、潤滑剤を溶媒に均一な相となるように溶解した溶液 L を前記成形部 1 A に付着させ、該溶液 L を蒸発させて前記成形部 1 A に結晶を形成させて晶出層 B を形成す
- 25 ることにより、成形部 1 A の周面に緻密な潤滑用の層 B が形成され、粉末成形体 A の成形部 1 A からの拔出圧力を低減できると共に、粉末成形体 A の密度も向上することができる。

また、粉末成形体 A の側面を成形する貫通孔を有する成形型本体 2 と、前記貫通孔 1 に下方から嵌合する下パンチ 3 と、前記貫通孔 1 に上方から嵌合する上パ

ンチ 4 と、前記貫通孔 1 に臨む潤滑剤の溶液 L の噴出部 6 と、前記貫通孔 1 と該貫通孔 1 に嵌合した下パンチ 3 とで面成される粉末成形体 A の成形部 1 A の周囲に設けるヒータ 7 と、該ヒータ 7 を前記溶液 L の蒸発温度より高く、かつ必要に応じて前記潤滑剤の溶融温度よりも低く制御する温度制御手段 9 を設け、成形部

5 1 A に原料粉末 M を充填する前に、潤滑剤の溶液 L を加熱された前記成形部 1 A に付着させ、該溶液 L を蒸発させて前記成形部 1 A の周囲に前記潤滑剤の晶出層 B を緻密に形成することにより、成形部 1 A の周面に緻密な潤滑用の層 B が形成され、粉末成形体 A の成形部 1 A からの拔出圧力を低減できると共に、粉末成形体 A の密度も向上し、更に安定して連続成形することができる。

- 10 尚、本発明は上記実施形態に限定されるものではなく、本発明の要旨の範囲内において、種々の変形実施が可能である。また、前記実施形態において潤滑剤を溶媒の溶解した溶液とは、潤滑剤を溶媒に一部でも溶解したものを含んでいるものでもよい。また、前記原料粉末を充填する前に、前記溶液を前記成形部に付着させ、該溶液を蒸発させて前記成形部に晶出層を形成した後にパンチを前記成形部
- 15 部に嵌合して粉末成形体を成形するものであるが、前記原料粉末を充填する前に必ず溶液を前記成形部に付着させ、該溶液を蒸発させて前記成形部に晶出層を形成する必要はなく、例えば始めの粉末成形体の成形後に、溶液を前記成形部に付着させずに始めの晶出層を利用してそのまま原料粉末を充填して次の成形を行い、次に 3 回目の原料粉末を充填する前に溶液を前記成形部に付着させ、該溶液を
- 20 蒸発させて前記成形部に 2 回目の晶出層を形成するように断続的な連続により溶液を前記成形部に付着させるようにしてもよい。

## 請求の範囲

1. 成形型本体に形成した成形部に原料粉末を充填した後に、パンチを前記成形部に嵌合して粉末成形体を成形する粉末成形体の成形方法において、前記原料粉末を充填する前に、潤滑剤を溶媒に溶解した溶液を前記成形部に付着させ、該溶液を蒸発させて前記成形部に晶出層を形成することを特徴とする粉末成形体の成形方法。
2. 前記潤滑剤は、オキソ酸系金属塩であることを特徴とする請求項1記載の粉末成形体の成形方法。
3. 前記潤滑剤は、りん酸系金属塩、硫黄酸系金属塩、ほう酸系金属塩、けい酸系金属塩、タングステン酸系金属塩、有機酸系金属塩、窒素酸系金属塩又は炭酸系金属塩であることを特徴とする請求項1記載の粉末成形体の成形方法。
4. 前記潤滑剤は、りん酸水素2カリウム、りん酸水素2ナトリウム、りん酸3カリウム、りん酸3ナトリウム、ポリりん酸カリウム、ポリりん酸ナトリウム、りん酸リボフラビンカリウム、又はりん酸リボフラビンナトリウムであることを特徴とする請求項3記載の粉末成形体の成形方法。
5. 前記潤滑剤は、硫酸カリウム、硫酸ナトリウム、亜硫酸カリウム、亜硫酸ナトリウム、チオ硫酸カリウム、チオ硫酸ナトリウム、ドデシル硫酸カリウム、ドデシル硫酸ナトリウム、ドデシルベンゼン硫酸カリウム、ドデシルベンゼン硫酸ナトリウム、食用青色1号、食用黄色5号、アスコルビン酸硫酸エステルカリウム、又はアスコルビン酸硫酸エステルナトリウムであることを特徴とする請求項3記載の粉末成形体の成形方法。
6. 前記潤滑剤は、四ほう酸カリウム、又は四ほう酸ナトリウムであることを特徴とする請求項3記載の粉末成形体の成形方法。
7. 前記潤滑剤は、けい酸カリウム、又はけい酸ナトリウムであることを特徴とする請求項3記載の粉末成形体の成形方法。
8. 前記潤滑剤は、タングステン酸カリウム、又はタングステン酸ナトリウムであることを特徴とする請求項3記載の粉末成形体の成形方法。

9. 前記潤滑剤は酢酸カリウム、酢酸ナトリウム、安息香酸カリウム、安息香酸ナトリウム、アスコルビン酸カリウム、アスコルビン酸ナトリウム、ステアリン酸カリウム、又はステアリン酸ナトリウムであることを特徴とする請求項 3 記載の粉末成形体の成形方法。
- 5 10. 前記潤滑剤は、硝酸カリウム、又は硝酸ナトリウムであることを特徴とする請求項 3 記載の粉末成形体の成形方法。
11. 前記潤滑剤は、炭酸カリウム、炭酸ナトリウム、炭酸水素カリウム、又は炭酸水素ナトリウムであることを特徴とする請求項 3 記載の粉末成形体の成形方法。
- 10 12. 前記潤滑剤は、請求項 2～11 記載の潤滑剤を 1 種または 2 種以上用いたことを特徴とする請求項 1 記載の粉末成形方法。
13. 前記溶液は、水溶性の前記潤滑剤を、前記晶出層の厚みが前記潤滑剤の 1 分子により形成される濃度以上で飽和濃度未満で水に完全に溶解させたことを特徴とする請求項 2～12 記載の粉末成形体の成形方法。
- 15 14. 前記潤滑剤が、カリウム塩又はナトリウム塩であることを特徴とする請求項 13 記載の粉末成形体の成形方法。
15. 前記潤滑剤に、防腐剤を添加したことを特徴とする請求項 2～14 のいずれか 1 項に記載の粉末成形体の成形方法。
16. 前記潤滑剤に、消泡剤を添加したことを特徴とする請求項 2～15 のいずれか 1 項に記載の粉末成形体の成形方法。
- 20 17. 前記潤滑剤に、水溶性の溶媒を添加したことを特徴とする請求項 2～16 のいずれか 1 項に記載の粉末成形体の成形方法。
18. 前記溶媒がアルコールまたはケトンであることを特徴とする請求項 17 記載の粉末成形体の成形方法。
- 25 19. 前記潤滑剤に、ハロゲン族元素を含まないことを特徴とする請求項 2～18 のいずれか 1 項に記載の粉末成形体の成形方法。
20. 粉末成形体の側面を形成する貫通孔を有する成型型本体と、前記貫通孔に下方から嵌合する下パンチと、前記貫通孔に上方から嵌合する上パンチと、前記貫通孔に臨む潤滑剤の溶液の噴出部と、前記貫通孔と該貫通孔に嵌合した下パ

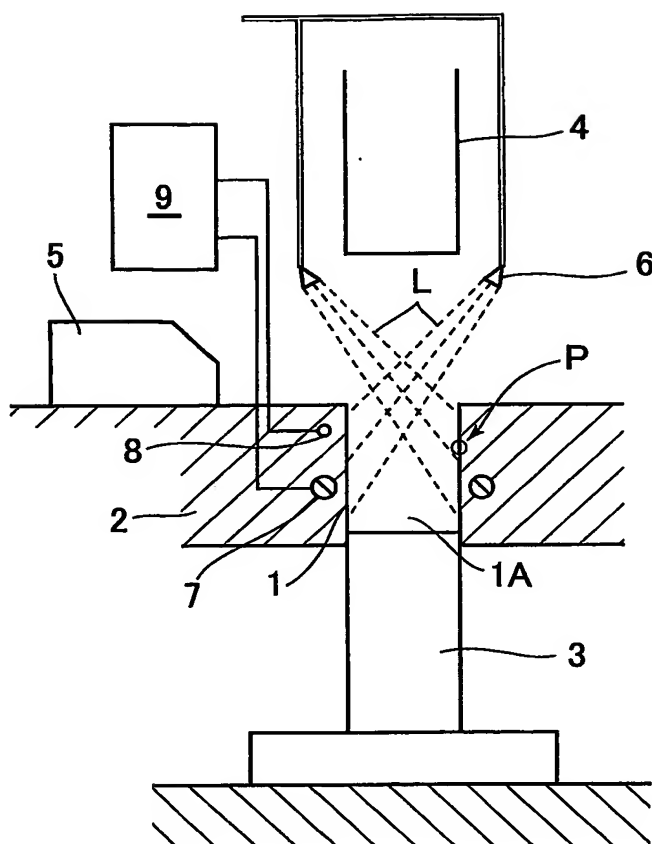


ンチとで画成される粉末成形体の成形部の周囲に設けるヒータと、該ヒータを前記溶液の蒸発温度より高く制御する温度制御手段を設けたことを特徴とする、粉末成形金型装置。

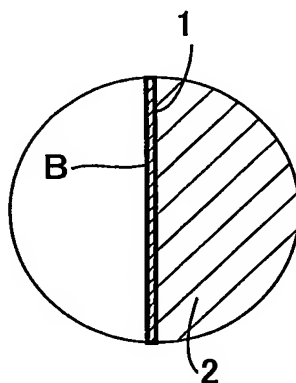
21. 粉末成形体の側面を形成する貫通孔を有する成形型本体と、前記貫通孔
- 5 に下方から嵌合する下パンチと、前記貫通孔に上方から嵌合する上パンチと、前記貫通孔に臨む潤滑剤の溶液の噴出部と、前記貫通孔と該貫通孔に嵌合した下パンチとで画成される粉末成形体の成形部の周囲に設けるヒータと、該ヒータを前記溶液の蒸発温度より高く、かつ前記潤滑剤の熔融温度よりも低く制御する湿度制御手段を設けたことを特徴とする、粉末成形金型装置。

1/3

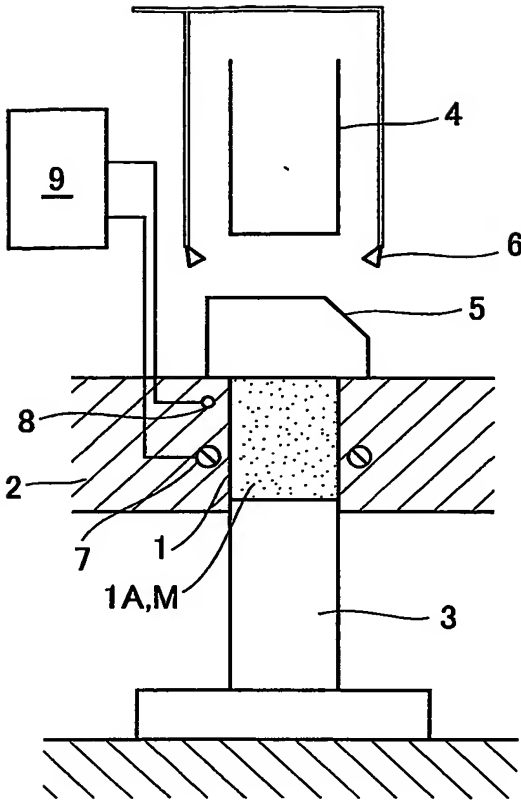
【図1A】



【図1B】

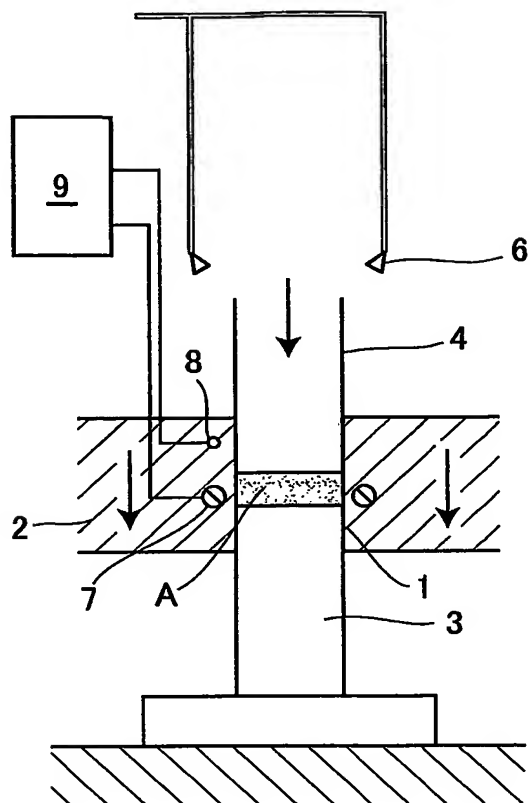


【図2】

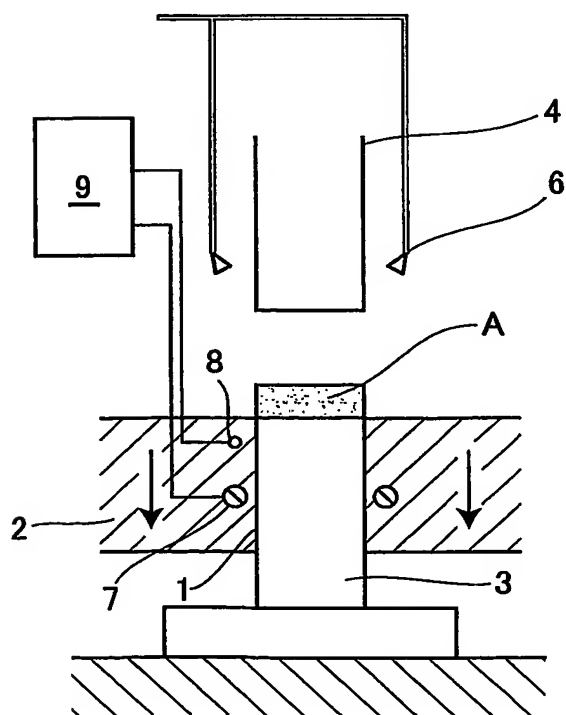


3/3

【図3】



【図4】



# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.  
PCT/JP03/14643

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER  
Int.Cl<sup>7</sup> B30B11/00, B22F3/035

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)  
Int.Cl<sup>7</sup> B30B11/00, B22F3/035

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched  
Jitsuyo Shinan Koho 1922-1996 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2004  
Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2004 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2004

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP 9-272901 A (Toyota Motor Corp.), 21 October, 1997 (21.10.97), Par. Nos. [0016], [0024]; Fig. 1 (Family: none)	1-21
Y	JP 54-155912 A (Showa Denko Kabushiki Kaisha), 08 December, 1979 (08.12.79), Page 3, upper left column, line 5 to upper right column, line 10 (Family: none)	1-21
Y	EP 122519 A (Dr.KARL THOMAE GMBH.), 24 October, 1984 (24.10.84), & US 4707309 A & US 4758142 A & JP 59-205970 A Page 4, upper right column, line 9 to page 5, upper right column, line 16	9, 17, 18

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C. ☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents: "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "E" <del>earlier</del> document but published on or after the international filing date "L" <del>document</del> which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed	"I" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art "&" document member of the same patent family
---	--

Date of the actual completion of the international search  
10 February, 2004 (10.02.04)

Date of mailing of the international search report  
02 March, 2004 (02.03.04)

Name and mailing address of the ISA/  
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))  
Int.Cl<sup>7</sup> B30B11/00 B22F3/035

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))  
Int.Cl<sup>7</sup> B30B11/00 B22F3/035

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報 1922-1996年  
日本国公開実用新案公報 1971-2004年  
日本国実用新案登録公報 1996-2004年  
日本国登録実用新案公報 1994-2004年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
Y	JP 9-272901 A(トヨタ自動車株式会社) 1997. 10. 21, 【0016】、【0024】、図1 (ファミリーなし)	1-21
Y	JP 54-155912 A(昭和電工株式会社) 1979. 12. 08, 第3頁上左欄第5行~第3頁上右欄第10行 (ファミリーなし)	1-21
Y	EP 122519 A(Dr. KARL THOMAE GMBH) 1984. 10. 24 & US 4707309 A & US 4758142 A & JP 59-205970 A 第4頁上右欄第 9行-第5行上右欄第16行	9, 17, 18

☒ C欄の続きにも文献が列挙されている。

☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

\* 引用文献のカテゴリー

「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの  
「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの  
「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)  
「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献  
「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの  
「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの  
「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの  
「&」 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

10.02.2004

国際調査報告の発送日

02.3.2004

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/JP)  
郵便番号100-8915  
東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

鈴木 敏史



3P

9431

電話番号 03-3581-1101 内線 3362

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
Y	日本国実用新案登録出願5-56168号 (日本国実用新案登録出願公開7-26094号) の願書に最初に添付した明細書及び図面の内容を記録したCD-ROM(川崎製鉄株式会社) 1995. 05. 16, 【0016】 (ファミリーなし)	9
Y	JP 7-48589 A(株式会社神戸製鋼所) 1995. 02. 21, 【0004】 , 【0018】 - 【0022】 (ファミリーなし)	4-6, 11, 19
Y	JP 2001-247891 A(日本パナライズン株式会社, 神鋼鋼線工業株式会社) 2001. 09. 14, 全文 & CN 1301806 A & TW 464553 A	7
Y	JP 6-158085 A(旭硝子株式会社) 1994. 06. 07, 全文(ファミリーなし)	7
Y	JP 8-151592 A(三菱重工業株式会社) 1996. 06. 11, 【0004】 , 【0005】 (ファミリーなし)	8
Y	WO 97/48783 A1(HENKEL CORPORATION) 1997. 12. 24 & US 6194357 B1 & JP 10-8085 A 【0010】	10
Y	US 4765917 A(ACHESON INDUSTRIES, INC. ,) 1988. 08. 23 & JP 63-89592 A 第4頁下左欄	15
Y	WO 01/43900 A1(KABUSIKI KAISHA TOYOTA CHUO KENKYUSHO) 2001. 06. 21 & EP 1170075 A1 & US 2002/0034453 A1 & JP 3309970 B2 【0024】 , 【0033】	16, 21